



Benzyl ether derivatives of glycerol, processes for the preparation of these compounds, and plant-growth-regulating agents containing them

Patent Number: DE3234610
Publication date: 1984-03-22
Inventor(s): KRUEGER HANS-RUDOLF DIPL. CHEM. (DE); KRAEHMER HANSJOERG DIPL. BIOL. D (DE)
Applicant(s): SCHERING AG (DE)
Requested Patent: ☐ DE3234610

Application Number: DE19823234610 19820916
Priority Number(s): DE19823234610 19820916
IPC Classification: C07C43/178; C07C43/17; C07C69/18; A01N37/02; A01N31/14; A01N33/18
EC Classification: C07C43/178N, A01N31/04, A01N31/14, A01N33/20, A01N37/12, C07C43/174M, C07C43/178C6

Equivalents:

Abstract

The invention relates to novel benzyl ether derivatives of glycerol of the general formula  in which one of the substituents Y represents the group of the general formula  and the two other substituents Y are identical or different and in each case represent the group -(CO)n-R3 where R1 represents hydrogen or a C1-C4-alkyl radical, R2 represents an aromatic hydrocarbon radical which is optionally monosubstituted or polysubstituted by C1-C6-alkyl and/or C1-C6-alkoxy and/or optionally substituted phenoxy and/or optionally substituted phenyl and/or halogen and/or the nitro group and/or the trifluoromethyl group, R3 represents hydrogen or an optionally substituted C1-C4-alkyl radical, and n represents 0 or 1, processes for the preparation of these compounds, and plant-growth-regulating agents containing them. The compounds are particularly suitable for controlling the vegetative and generative growth of plants, in particular legumes, preferably soya beans.

Data supplied from the esp@cenet database - I2



DEUTSCHES
PATENTAMT

21 Aktenzeichen: P 32 34 610.7
22 Anmeldetag: 16. 9. 82
43 Offenlegungstag: 22. 3. 84

51 Int. Cl. 2:
C 07 C 43/178
C 07 C 43/17
C 07 C 69/18
A 01 N 37/02
A 01 N 31/14
A 01 N 33/18

DE 32 34 610 A 1

17 Anmelder:

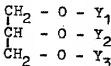
Schering AG, 1000 Berlin und 4709 Bergkamen, DE

12 Erfinder:

Krüger, Hans-Rudolf, Dipl.-Chem. Dr.; Kräbmer,
Hansjörg, Dipl.-Biol. Dr., 1000 Berlin, DE

54 Benzylätherderivate des Glycerins, Verfahren zur Herstellung dieser Verbindungen sowie diese enthaltende Mittel mit wachstumsregulatorischer Wirkung für Pflanzen

Die Erfindung betrifft neue Benzylätherderivate des Glycerins der allgemeinen Formel



in der einer der Substituenten Y die Gruppe der allgemeinen Formel



darstellt und die zwei anderen Substituenten Y gleich oder verschieden sind und jeweils die Gruppe $-(\text{CO})_n - \text{R}_3$

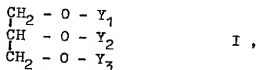
bedeuten, worin R_1 Wasserstoff oder einen $\text{C}_1 - \text{C}_6$ -Alkylrest, R_2 einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch $\text{C}_1 - \text{C}_6$ -Alkyl und/oder $\text{C}_1 - \text{C}_6$ -Alkoxy und/oder gegebenenfalls substituiertes Phenoxy und/oder gegebenenfalls substituiertes Phenyl und/oder Halogen und/oder die Nitrogruppe und/oder die Trifluormethylgruppe substituierten aromatischen Kohlenwasserstoffrest, R_3 Wasserstoff oder einen gegebenenfalls substituierten $\text{C}_1 - \text{C}_6$ -Alkylrest und n 0 oder 1 darstellen, Verfahren zur Herstellung dieser Verbindungen sowie diese enthaltende Mittel mit wachstumsregulatorischer Wirkung für Pflanzen. Die Verbindungen eignen sich insbesondere zur Beeinflussung des vegetativen und generativen Wachstums von Pflanzen, insbesondere bei Leguminosen, vorzugsweise Soja.

dungen sowie diese enthaltende Mittel mit wachstumsregulatorischer Wirkung für Pflanzen. Die Verbindungen eignen sich insbesondere zur Beeinflussung des vegetativen und generativen Wachstums von Pflanzen, insbesondere bei Leguminosen, vorzugsweise Soja.

DE 32 34 610 A 1

P A T E N T A N S P R Ü C H E

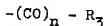
1. Benzylätherderivate des Glycerins der allgemeinen Formel



in der einer der Substituenten Y die Gruppe der allgemeinen Formel



darstellt und die zwei anderen Substituenten Y gleich oder verschieden sind und jeweils die Gruppe



bedeuten, worin

- R_1 Wasserstoff oder einen C_1 - C_4 -Alkylrest,
 R_2 einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch C_1 - C_6 -Alkyl und/oder C_1 - C_6 -Alkoxy und/oder gegebenenfalls substituiertes Phenoxy und/oder gegebenenfalls substituiertes Phenyl und/oder Halogen und/oder die Nitrogruppe und/oder die Trifluormethylgruppe substituierten aromatischen Kohlenwasserstoffrest,
 R_3 Wasserstoff oder einen gegebenenfalls substituierten C_1 - C_4 -Alkylrest und
 n 0 oder 1 darstellen.

2. Benzylätherderivate des Glycerins gemäß Anspruch 1, worin

- R_1 Wasserstoff oder C_1 - C_4 -Alkyl, vorzugsweise Methyl,
 R_2 Phenyl, 2-Chlorphenyl, 3-Chlorphenyl, 4-Chlorphenyl, 2,6-Dichlorphenyl, 2,4-Dichlorphenyl, 3,4-Dichlorphenyl, 2,4,6-Trichlorphenyl, 4-Bromphenyl, 2,4-Di-

- 2 -

Vorstand: Dr. Herbert Aemis - Dr. Christian Bruhn - Hans-Jürgen Hamann
 Dr. Heinz Hamme - Karl Otto Mittelscheid - Dr. Horst Witzel
 Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen
 Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen
 Handelsregister: AG Charlottenburg B3 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0081

Postanschrift: SCHERING AG - D-1 Berlin 65 - Postfach 65 03 11
 Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10
 Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7006/00, Bankleitzahl 100 400 00
 Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5003, Bankleitzahl 100 700 00
 Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurter Bank -, Berlin,
 Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 202 00

14 834 10 3074

- 5 bromphenyl, 2,6-Dibromphenyl, 2,4,6-Tribromphenyl, 2-Chlor-
6-fluorphenyl, 2-Fluorphenyl, 3-Fluorphenyl, 4-Fluorphenyl,
2,4-Difluorphenyl, 2-Methylphenyl, 3-Methylphenyl, 4-Methyl-
phenyl, 3,4-Dimethylphenyl, 2-Methoxyphenyl, 3-Methoxyphenyl,
10 4-Methoxyphenyl, 3,4-Dioxyethylphenyl, 2-Phenoxyphenyl,
3-Phenoxyphenyl, 2-Nitrophenyl oder 3-Nitrophenyl,
R₃ Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl, vorzugsweise Methyl, Äthyl,
Propyl oder Chlormethyl und
n 0 oder 1 darstellen.
- 15 3. 1-O-(2,6-Dichlorbenzyl)-glycerin
4. 2,3-Bis-O-methyl-1-O-(2,6-dichlorbenzyl)-glycerin
5. 2,3-Bis-O-acetyl-1-O-(2,6-dichlorbenzyl)-glycerin
- 20 6. 1-O-Benzylglycerin
7. 1-O-(2,4-Dichlorbenzyl)-glycerin
- 25 8. 1-O-(2-Chlorbenzyl)-glycerin
9. 1-O-(2-Methylbenzyl)-glycerin
10. 2-O-(2,6-Dichlorbenzyl)-glycerin
- 30 11. 2-O-(2,4-Dichlorbenzyl)-glycerin
12. 2-O-(2-Chlorbenzyl)-glycerin
- 35 13. 2-O-(2-Methylbenzyl)-glycerin

- 3 -

Formular-Nr.: 143-2

Verband: Dr. Herbert Asmis · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hemann
Dr. Heinz Hanne · Karl Otto Mitteltanscheid · Dr. Horst Witzel
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwarzkoppen
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen
Handelsregister: AG Charlottenburg SO HRS 283 u. AG Kamen HRS 0061

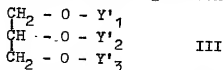
Postanschrift: SCHERING AG · D-1 Berlin 65 · Postfach 65 63 11
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7006 00, Bankleitzahl 100 400 0
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5008, Bankleitzahl 100 700 00
Berliner Handels-Gesellschaft – Frankfurter Bank –, Berlin,
Konto-Nr. 14-352, Bankleitzahl 100 202 00

54 FH IV 32/18

797-1-11

14. 1-0-(2-Chlor-6-fluorbenzyl)-glycerin
15. 1,2-Bis-0-(acetyl)-3-0-(2-chlor-6-fluorbenzyl)-glycerin
16. 3-0-(2-Chlor-6-fluorbenzyl)-1,2-bis-0- methyl -glycerin
17. Verfahren zur Herstellung von Benzylätherderivaten des Glycerins gemäß den Ansprüchen 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß man

A) Verbindungen der allgemeinen Formel



in der einer der Substituenten Y' die Gruppe



und die zwei anderen Substituenten Y' Wasserstoff bedeuten,

a) mit Verbindungen der allgemeinen Formel



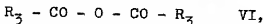
oder

b) mit Verbindungen der allgemeinen Formel



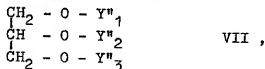
oder

c) mit Verbindungen der allgemeinen Formel



gegebenenfalls in Gegenwart von säurebindenden Mitteln und/oder eines Katalysators reagieren läßt oder

B) Verbindungen der allgemeinen Formel



5 in der einer der Substituenten Y" die Gruppe



10 und die anderen zwei Substituenten Y" paarweise eine gegebenenfalls substituierte Methylengruppe



bedeuten,
 15 gegebenenfalls in Gegenwart organischer Lösungsmittel sowie saurer Katalysatoren wie Schwefelsäure, p-Toluolsulfonsäure, Salzsäure, Ammoniumchlorid, Phosphorsäure, Kieselsäure sowie saure Ionentauscherharze bei Temperaturen von 0 bis 100° C, vorzugsweise von 40 bis 80° C, hydrolysiert,
 20 worin R₁, R₂ und R₃ die oben genannte Bedeutung haben und R₄ und R₅ jeweils gleich oder verschieden sein können und jeweils Wasserstoff, einen C₁-C₁₀-Alkylrest, einen substituierten C₁-C₁₀-Alkylrest, einen gegebenenfalls substituierten Aryl-C₁-C₃-alkylrest, einen C₃-C₈-cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest, einen ein- oder mehrfach durch C₁-C₆-Alkyl und/oder Halogen und/oder C₁-C₆-Alkoxy und/oder die Nitrogruppe und/oder die Trifluormethylgruppe substituierten aromatischen Kohlenwasserstoffrest oder R₄ und R₅ zusammen eine Polymethylengruppe
 25 -(CH₂)_m darstellen,
 30 X ein Halogenatom, vorzugsweise ein Chloratom, und Z ein Halogenatom oder den Rest R₃OSO₂O- darstellen und m die ganze Zahl 4 und 5 bedeutet.

35 18. Mittel mit wachstumsregulatorischer Wirkung für Pflanzen, gekennzeichnet durch einen Gehalt an mindestens einer Verbindung gemäß den Ansprüchen 1 bis 16.

- 5 -

Form-Nr.: 14852

Vorstand: Dr. Herbert Aemis · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann
 Dr. Heinz Henne · Karl Otto Mittelsen · Dr. Horst Witzel
 Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen
 Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen
 Handelsregister: AG Charlottenburg 53 HRB 283 u. AG Kamen HRB 8061

Postanschrift: SCHERING AG · D-1 Berlin 65 · Postfach 65 03 11
 Postcheck-Konto: Berlin-West 3175-101, Bankleitzahl 100 100 10
 Berliner Commercialbank AG, Berlin, Konto-Nr. 100 7000 00, Bankleitzahl 100 490
 Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5000, Bankleitzahl 100 700 00
 Berliner Handels-Gesellschaft — Frankfurt am Main —, Berlin,
 Konto-Nr. 14-302, Bankleitzahl 100 202 00

54 FH IV 3571E

19. Mittel mit wachstumsregulatorischer Wirkung für Pflanzen gemäß Anspruch 18 in Mischung mit Träger- und/oder Hilfsstoffen.
20. Mittel gemäß Ansprüchen 18 und 19 zur Beeinflussung des vegetativen und generativen Wachstums von Pflanzen, insbesondere bei Leguminosen, vorzugsweise Soja.
21. Mittel mit wachstumsregulatorischer Wirkung für Pflanzen gemäß Anspruch 18, hergestellt nach Verfahren gemäß Anspruch 17.

- 6 -

Vorstand: Dr. Herbert Aarns · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann
Dr. Heinz Hanse · Karl Otto Mittelstädt · Dr. Horst Witzel
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwurzkoppen
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen
Handelsregister: AG Charlottenburg 35 HRB 283 u. AG Kamen HRD 0001

Postanschrift: SCHERING AG · D-1 Berlin 65 · Postfach 65 02 11
Postcheck-Konto: Berlin-West 1178-101, Bankleitzahl 100 100 10
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 106 7006 00, Bankleitzahl 100 400 00
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/9008, Bankleitzahl 100 700 00
Berliner Handels-Gesellschaft — Frankfurter Bank —, Berlin,
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 202 00

34 FH IV 3378

Berlin, den 15. September 1982

BENZYLÄTHERDERIVATE DES GLYCERINS, VERFAHREN ZUR HER-
STELLUNG DIESER VERBINDUNGEN SOWIE DIESE ENTHALTENDE
MITTEL MIT WACHSTUMSREGULATORISCHER WIRKUNG FÜR PFLANZEN

Formular-Nr.: 1498-2

Vorstand: Dr. Herbert Asmus · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann
Dr. Heinz Hanneke · Karl Otto Mittelscheid · Dr. Horst Witzel
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen
Handelsregister: AG Charlottenburg 89 HRB 263 u. AG Kamen HRB 0001

Postanschrift: SCHERING AG · D-1 Berlin 65 · Postfach 65 03 11
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7000 00, Bankleitzahl 100 400
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5008, Bankleitzahl 100 700 0
Berliner Handels-Gesellschaft — Frankfurter Bank —, Berlin,
Konto-Nr. 14-360, Bankleitzahl 100 252 00

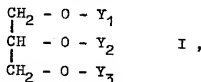
54 PH IV 357H

Die Erfindung betrifft neue Benzylätherderivate des Glycerins, Verfahren zur Herstellung dieser Verbindungen sowie diese enthaltende Mittel mit wachstumsregulatorischer Wirkung für Pflanzen.

Glycerinäther mit biologischer Wirkung sind bisher nicht bekannt geworden.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Schaffung neuer Wirkstoffe mit vorteilhafter wachstumsregulatorischer Wirkung für Pflanzen.

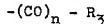
Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Mittel gelöst, das gekennzeichnet ist durch einen Gehalt an mindestens einer Verbindung der allgemeinen Formel



in der einer der Substituenten Y die Gruppe der allgemeinen Formel



darstellt und die zwei anderen Substituenten Y gleich oder verschieden sind und jeweils die Gruppe



bedeuten, worin

- R₁ Wasserstoff oder einen C₁-C₄-Alkylrest,
 R₂ einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch C₁-C₆-Alkyl und/oder C₁-C₆-Alkoxy und/oder gegebenenfalls substituiertes Phenoxy und/oder gegebenenfalls substituiertes Phenyl und/oder Halogen und/oder die Nitrogruppe und/oder die Trifluormethylgruppe substituierten aromatischen - 7 -

- 5 Kohlenwasserstoffrest,
 R_3 Wasserstoff oder einen gegebenenfalls substituierten
 C_1-C_4 -Alkylrest und
 n 0 oder 1 darstellen.
- 10 Die erfindungsgemäßen Verbindungen eignen sich überraschen-
 derweise zur Regulierung des Wachstums von Pflanzen und be-
 reichern durch ihre vielfältigen Wirkungen den Stand der
 Technik auf diesem Gebiet.
- 15 Da die erfindungsgemäßen Verbindungen sowohl qualitative
 und quantitative Veränderungen von Pflanzen als auch Verän-
 derungen im Metabolismus der Pflanzen verursachen, sind sie
 in die Klasse der Pflanzenwachstumsregulatoren einzustufen,
 die sich durch folgende Anwendungsmöglichkeiten auszeichnen.
- 20 Hemmung des vegetativen Wachstums bei holzigen und krautigen
 Pflanzen zum Beispiel an Straßenrändern, Gleisanlagen u.a.,
 um ein zu üppiges Wachstum zu unterbinden. Wuchshemmung beim
 Getreide, um das Lagern oder Umknicken zu unterbinden, bei
- 25 Baumwolle zur Ertragserhöhung.
- Beeinflussung der Verzweigung von vegetativen und generativen
 Organen bei Zier- oder Kulturpflanzen zur Vermehrung des Blü-
 tenansatzes oder bei Tabak und Tomate zur Hemmung von Seiten-
 trieben.
- 30 Verbesserung der Fruchtqualität, zum Beispiel eine Zuckerge-
 haltssteigerung beim Zuckerrohr, bei Zuckerrüben oder bei Obst,
 und eine gleichmäßigere Reife des Erntegutes, die zu höheren
- 35 Erträgen führt.

- 8 -

Formel-Nr.: 1482

Vorstand: Dr. Herbert Amis - Dr. Christian Bruhn - Hans-Jürgen Hamann
 Dr. Helmut Hanne - Karl Otto Millesienscheid - Dr. Horst Witzel
 Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen
 Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen
 Handelsregister: AG Charlottenburg 50 HRB 282 u. AG Kamen HRB 0051

Postanschrift: SCHERING AG - D-1 Berlin 65 - Postfach 65 03 11
 Postsparkonto: Berlin-West 1178-101, Bankleitzahl 100 700 00
 Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7008 00, Bankleitzahl 100 400 01
 Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/0008, Bankleitzahl 100 700 00
 Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurt/Bank - , Berlin,
 Konto-Nr. 14-382, Bankleitzahl 100 202 00

54 FN IV 30718

- 9 -

Erhöhung der Widerstandskraft gegen Streß, so zum Beispiel gegen klimatische Einflüsse, wie Kälte und Trockenheit, aber auch gegen phytotoxische Einflüsse von Chemikalien.

Beeinflussung des Latexflusses bei Gummipflanzen.

Ausbildung parthenokarper Früchte, Pollensterilität und Geschlechtsbeeinflussung sind ebenfalls Anwendungsmöglichkeiten.

Kontrolle der Keimung von Samen oder des Austriebs von Knospen.

Entlaubung oder Beeinflussung des Fruchtalles zur Ernteerleichterung.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen eignen sich insbesondere zur Beeinflussung des vegetativen und generativen Wachstums bei einigen Leguminosen, wie zum Beispiel Soja.

Die Aufwandmengen betragen je nach Anwendungsziel im allgemeinen von 0,005 bis 5 kg Wirkstoff/ha, gegebenenfalls können auch höhere Aufwandmengen eingesetzt werden.

Die Anwendungszeit richtet sich nach dem Anwendungsziel und den klimatischen Bedingungen.

- Von den erfindungsgemäßen Verbindungen zeichnen sich durch eine optimale wuchsregulatorische Wirkung insbesondere diejenigen aus, bei denen in der angeführten allgemeinen Formel I
-) Y_1 und Y_2 jeweils gleich sind und ein Wasserstoffatom, einen C_1 - C_4 -Alkylrest oder eine Alkanoylgruppe mit bis zu 5 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise eine Acetyl- oder Butyrylgruppe, und Y_3 eine Aralkylgruppe der allgemeinen Formel II bedeuten oder
-) Y_1 und Y_3 jeweils gleich sind und ein Wasserstoffatom, einen C_1 - C_4 -Alkylrest oder eine Alkanoylgruppe bis bis zu 5 Kohlen-

Vorstand: Dr. Herbert Amis - Dr. Christian Bruhn - Hans-Jürgen Hemann
Dr. Heinz Hanne - Karl Otto Mittelstaedt - Dr. Horst Witzel
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Edward v. Schwartzkoppen
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen
Handelsregister: AG Charlottenburg 93 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG - D-1 Berlin 65 - Postfach 65 93 11
Postcheck-Konto: Berlin-West 1176-101, Bankleitzahl 100 100 10
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 106 7000 00, Bankleitzahl 100 400 00
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241 0000, Bankleitzahl 100 700 00
Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurter Bank -, Berlin,
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 202 00

34 111 IV 55715

stoffatomen, besonders eine Acetyl- oder Butyrylgruppe und Y_2 eine Aralkylgruppe der allgemeinen Formel II bedeuten.

- 5 Erfindungsgemäße Verbindungen mit herausragender entsprechenden Wirkung sind insbesondere solche, bei denen
- R_1 Wasserstoff oder C_1 - C_4 -Alkyl, vorzugsweise Methyl,
- R_2 Phenyl, 2-Chlorphenyl, 3-Chlorphenyl, 4-Chlorphenyl, 2,6-Dichlorphenyl, 2,4-Dichlorphenyl, 3,4-Dichlorphenyl,
- 10 2,4,6-Trichlorphenyl, 4-Bromphenyl, 2,4-Dibromphenyl, 2,6-Dibromphenyl, 2,4,6-Tribromphenyl, 2-Fluorphenyl, 2-Chlor-6-fluorphenyl, 3-Fluorphenyl, 4-Fluorphenyl, 2,4-Difluorphenyl, 2-Methylphenyl, 3-Methylphenyl, 4-Methylphenyl, 3,4-Dimethylphenyl, 2-Methoxyphenyl, 3-Methoxyphenyl, 4-Methoxyphenyl,
- 15 3,4-Dioxyphenyl, 2-Phenoxyphenyl, 3-Phenoxyphenyl, 2-Nitrophenyl oder 3-Nitrophenyl,
- R_3 Wasserstoff, C_1 - C_4 -Alkyl, vorzugsweise Methyl, Äthyl, Propyl oder Chlormethyl und
- n 0 oder 1 darstellen.

- 20 Die erfindungsgemäßen Verbindungen können entweder allein, in Mischung miteinander oder mit anderen Wirkstoffen angewendet werden. Gegebenenfalls können Entblätterungs-, Pflanzenschutz- oder Schädlingsbekämpfungsmittel je nach dem gewünschten Zweck zugesetzt werden.

- Sofern eine Verbreiterung des Wirkungsspektrums beabsichtigt ist, können auch andere Biozide zugesetzt werden. Beispielsweise eignen sich als herbizid wirksame Mischungs-
- 30 partner diejenigen Wirkstoffe, die in Weed Abstracts, Vol. 31, 1981, unter dem Titel "List of common names and abbreviations employed for currently used herbicides and plant growth regulators in weed abstracts" aufgeführt sind. Außerdem können auch nicht phytotoxische Mittel zugesetzt werden, die mit Herbiziden
- 35 und/oder Wuchsregulatoren eine synergistische Wirkungssteigerung ergeben können, wie unter anderem Netzmittel, Emulgatoren, Lösungsmittel und ölige Zusätze.

- 10 -

Formalin-Nr.: 14892

Vorstand: Dr. Herbert Amsie - Dr. Christian Bruhn - Hans-Jürgen Hamann
Dr. Heinz Hanne - Karl Otto Mitteltanscheid - Dr. Horst Witzel
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Dargkamen
Handelsregister: AG Charlottenburg HRB 293 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG - D-1 Berlin 65 - Postfach 65 03 11
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 19
Berliner Commercialbank AG, Berlin, Konto-Nr. 101 7200 00, Bankleitzahl 100 400 00
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/6000, Bankleitzahl 100 700 00
Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurter Bank -, Berlin,
Konto-Nr. 14-962, Bankleitzahl 100 232 00

54 PH IV 30718

Zweckmäßig werden die erfindungsgemäßen Wirkstoffe oder deren Mischungen in Form von Zubereitungen, wie Pulvern, Streumitteln, Granulaten, Lösungen, Emulsionen oder Suspensionen, unter Zusatz von flüssigen und/oder festen Trägerstoffen beziehungsweise Verdünnungsmitteln und gegebenenfalls von Netz-, Haft-, Emulgier- und/oder Dispergierhilfsmitteln, angewandt.

Geeignete flüssige Trägerstoffe sind zum Beispiel Wasser, aliphatische und aromatische Kohlenwasserstoffe, wie Benzol, Toluol, Xylol, Cyclohexanon, Isophoron, Dimethylsulfoxyd, Dimethylformamid, weiterhin Mineralölfractionen.

Als feste Trägerstoffe eignen sich Mineralerden, zum Beispiel Tonsil, Silicagel, Talkum, Kaolin, Attaclay, Kalkstein, Kieselsäure und pflanzliche Produkte, zum Beispiel Mehle.

An oberflächenaktiven Stoffen sind zu nennen zum Beispiel Calciumligninsulfonat, Polyoxyäthylen-alkylphenoläther, Naphthalinsulfonsäuren und deren Salze, Phenolsulfonsäuren und deren Salze, Formaldehydkondensate, Fettalkoholsulfate sowie substituierte Benzolsulfonsäuren und deren Salze.

Der Anteil des beziehungsweise der Wirkstoffe(s) in den verschiedenen Zubereitungen kann in weiten Grenzen variieren. Beispielsweise enthalten die Mittel etwa 5 bis 95 Gewichtsprozent Wirkstoffe, etwa 95 bis 5 Gewichtsprozent flüssige oder feste Trägerstoffe sowie gegebenenfalls bis zu 20 Gewichtsprozent oberflächenaktive Stoffe.

Die Ausbringung der Mittel kann in üblicher Weise erfolgen, zum Beispiel mit Wasser als Träger in Spritzbrühmengen von

- 11 -

Vorstand: Dr. Herbert Asmus · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann
Dr. Helmut Hanne · Karl Otto Mittelscheid · Dr. Horst Witzel
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwarzkoppen
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Gropiusplatz
Handelsregister: AG Charlottenburg 5 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG · D-1 Berlin 65 · Postfach 65 03 11
Postcheck-Konto: Berlin-West 1475-101, Bankleitzahl 100 100 10
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7006 00, Bankleitzahl 100 400 00
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5008, Bankleitzahl 100 700 00
Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurter Bank - Berlin,
Konto-Nr. 14-302, Bankleitzahl 100 202 00

54 TH IV 3578

5 etwa 100 bis 1000 Liter/ha. Eine Anwendung der Mittel im sogenannten Low-Volume- und Ultra-Low-Volume-Verfahren ist ebenso möglich wie ihre Applikation in Form von sogenannten Mikrogranulaten.

10 Zur Herstellung der Zubereitungen werden zum Beispiel die folgenden Bestandteile eingesetzt:

A. Spritzpulver

15 a) 80 Gewichtsprozent Wirkstoff

15 Gewichtsprozent Kaolin

5 Gewichtsprozent oberflächenaktive Stoffe auf Basis des Natriumsalzes des N-Methyl-N-oleyl-taurins und des Calciumsalzes der Ligninsulfonsäure.

20 b) 50 Gewichtsprozent Wirkstoff

40 Gewichtsprozent Tonmineralien

5 Gewichtsprozent Zellpech

5 Gewichtsprozent oberflächenaktive Stoffe auf der Basis einer Mischung des Calciumsalzes der Ligninsulfonsäure mit Alkylphenolpolyglycoläthern.

25

c) 20 Gewichtsprozent Wirkstoff

70 Gewichtsprozent Tonmineralien

5 Gewichtsprozent Zellpech

30 5 Gewichtsprozent oberflächenaktive Stoffe auf der Basis einer Mischung des Calciumsalzes der Ligninsulfonsäure mit Alkylphenolpolyglycoläthern.

d) 5 Gewichtsprozent Wirkstoff

35 80 Gewichtsprozent Tonsil

10 Gewichtsprozent Zellpech

5 Gewichtsprozent oberflächenaktive Stoffe auf der Basis eines Fettsäurekondensationsproduktes.

- 12 -

Formula-Nr. 1032

Vorstand: Dr. Herbert Assis - Dr. Christian Bruhn - Hans-Jürgen Hamann
Dr. Heinz Hanne - Karl Otto Mittelscheid - Dr. Horst Wüzel
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen
Handelsregister: AG Charlottenburg 50 HRB 253 u. AG Kamen HRB 0001

Postanschrift: SCHERING AG - D-1 Berlin 65 - Postfach 65 93 11
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl: 100 100 10
Berliner Commercialbank AG, Berlin, Konto-Nr. 100 700 00, Bankleitzahl 100 400
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5000, Bankleitzahl 100 700 0
Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurter Bank -, Berlin,
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 202 00

54 PH IV 3571

B. Emulsionskonzentrat

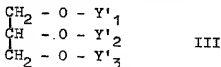
- 20 Gewichtsprozent Wirkstoff
- 40 Gewichtsprozent Xylol
- 35 Gewichtsprozent Dimethylsulfoxid
- 5 Gewichtsprozent Mischung von Nonylphenylpolyoxyäthylen
oder Calciumdodecylbenzossulfonat.

C. Paste

- 45 Gewichtsprozent Wirkstoff
- 5 Gewichtsprozent Natriumaluminumsilikat
- 15 Gewichtsprozent Cetylpolyglycoläther mit 8 Mol Äthylenoxid
- 2 Gewichtsprozent Spindelöl
- 10 Gewichtsprozent Polyäthylenglycol
- 23 Teile Wasser.

Die neuen erfindungsgemäßen Verbindungen lassen sich zum Beispiel herstellen, indem man

A) Verbindungen der allgemeinen Formel



in der einer der Substituenten Y' die Gruppe



und die zwei anderen Substituenten Y' Wasserstoff bedeuten,

a) mit Verbindungen der allgemeinen Formel



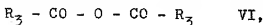
oder

b) mit Verbindungen der allgemeinen Formel



oder

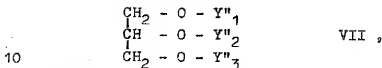
c) mit Verbindungen der allgemeinen Formel



- 13 -

.14.

- 5 gegebenenfalls in Gegenwart von säurebindenden Mitteln
und/oder eines Katalysators reagieren läßt oder
B) Verbindungen der allgemeinen Formel



10 in der einer der Substituenten Y" die Gruppe



- 15 und die anderen zwei Substituenten Y" paarweise eine
gegebenenfalls substituierte Methylengruppe



- 20 bedeuten,
gegebenenfalls in Gegenwart organischer Lösungsmittel
sowie saurer Katalysatoren wie Schwefelsäure, p-Toluol-
sulfonsäure, Salzsäure, Ammoniumchlorid, Phosphorsäure,
Kieselsäure sowie saure Ionenaustauscherharze bei Tempera-
25 turen von 0 bis 100° C, vorzugsweise von 40 bis 80° C,
hydrolysiert,
worin R₁, R₂ und R₃ die oben genannte Bedeutung haben und
R₄ und R₅ jeweils gleich oder verschieden sein können
und jeweils Wasserstoff, einen C₁-C₁₀-Alkylrest, einen
30 substituierten C₁-C₁₀-Alkylrest, einen gegebenenfalls
substituierten Aryl-C₁-C₃-alkylrest, einen C₃-C₈-cyclo-
aliphatischen Kohlenwasserstoffrest, einen ein- oder
mehrfach durch C₁-C₆-Alkyl und/oder Halogen und/oder
C₁-C₆-Alkoxy und/oder die Nitrogruppe und/oder die Tri-
35 fluormethylgruppe substituierten aromatischen Kohlenwasser-

- 14 -

Formular-Nr. 1438-2

Vorstand: Dr. Herbert Annis - Dr. Christian Bruhn - Hans-Jürgen Homann
Dr. Heinz Haase - Karl Otto Mittelstentscheid - Dr. Horst Witzel
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bayreuth
Handelsregister: AG Charlottenburg 33 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0051

Postenschrift: SCHERING AG - D-1 Berlin 65 - Postfach 65 03 11
Postfach-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7008 00, Bankleitzahl 100 400 0
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 261 00 00, Bankleitzahl 100 700 00
Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurter Bank - Berlin,
Konto-Nr. 14-302, Bankleitzahl 100 202 00

54 PH IV 32718

stoffrest oder R_4 und R_5 zusammen eine Polymethylengruppe $-(CH_2)_m-$ darstellen,
 X ein Halogenatom, vorzugsweise ein Chloratom,
 und Z ein Halogenatom oder den Rest R_3OSO_2O- darstellen
 und m die ganze Zahl 4 und 5 bedeutet.

Unter den Resten R_4 und R_5 der substituierten Methylengruppe sind zu verstehen Wasserstoff, C_1 - C_{10} -Alkyl, zum Beispiel Methyl, Äthyl, Propyl, Isopropyl, n-Butyl, sec.-Butyl, tert.-Butyl, 2,2-Dimethyl-1-propyl, n-Pentyl, n-Heptyl, n-Octyl, n-Decyl, substituiertes C_1 - C_{10} -Alkyl zum Beispiel Chlormethyl, Brommethyl, Fluormethyl, Dichlormethyl, Trifluormethyl, Trichlormethyl, Hydroxymethyl, Methoxymethyl, Äthoxymethyl, Phenoxymethyl, 4-Chlorphenoxymethyl, Chloräthyl, Bromäthyl, 2-Äthoxyäthyl, 2-Phenoxyäthyl, C_3 - C_8 -cycloaliphatische Kohlenwasserstoffe zum Beispiel Cyclopropyl, Cyclopentyl, Cyclohexyl, Aryl- C_1 - C_3 -alkyl, zum Beispiel Benzyl, 2-Phenyläthyl, aromatische Kohlenwasserstoffe zum Beispiel Phenyl, 2-Chlorphenyl, 3-Chlorphenyl, 4-Chlorphenyl, 3,4-Dichlorphenyl, 4-Methoxyphenyl, 4-Nitrophenyl, 2,4-Dichlorphenyl.

Als Ausgangsmaterialien bevorzugte Glycerinderivate VII sind sowohl solche, in denen

1) Y''_2 den Rest



und Y''_1 und Y''_3 zusammen jeweils eine gegebenenfalls substituierte Methylengruppe



darstellen,

- 15 -

- 5 als auch solche, in denen
2) Y₃ den Rest



- 10 und Y₁ und Y₂ zusammen jeweils eine gegebenenfalls substituier-
te Methylengruppe bedeuten.

- Bereits die Ausgangsmaterialien der allgemeinen Formel VII
können unter Umständen, bedingt durch ihre Hydrolyseempfind-
lichkeit auf dem Trägermaterial, die beanspruchten Wirkungen
15 der erfindungsgemäßen Verbindungen vortäuschen.

- Die Umsetzung der Reaktionspartner erfolgt zwischen 0° und
150° C, im allgemeinen jedoch zwischen Raumtemperatur und
Rückflusstemperatur des entsprechenden Reaktionsgemisches.
20 Die Reaktionsdauer beträgt 1 bis 72 Stunden.

- Zur Synthese der erfindungsgemäßen Verbindungen werden die
Reaktanden in etwa äquimolaren Mengen eingesetzt. Geeignete
Reaktionsmedien sind gegenüber den Reaktanden inerte Lösungs-
25 mittel. Die Wahl der Lösungs- beziehungsweise Suspensions-
mittel richtet sich nach dem Einsatz der entsprechenden Alkyl-
beziehungsweise Acylhalogenide sowie Dialkylsulfate und der an-
gewandten Säureakzeptoren. Als Lösungs- beziehungsweise Suspen-
sionsmittel seien beispielsweise genannt, Äther, wie Diäthyl-
30 äther, Diisopropyläther, Tetrahydrofuran, und Dioxan, alipha-
tische und aromatische Kohlenwasserstoffe, wie Petroläther,
Cyclohexan, Hexan, Heptan, Benzol, Toluol und Xylol, Carbon-
säurenitrile, wie Acetonitril und Carbonsäureamide wie Di-
methylformamid.

35

- 16 -

Formular-Nr. 1485-2

Vorstand: Dr. Herbert Aemis - Dr. Christian Bruhn - Hans-Jürgen Hemann
Dr. Heinz Hünne - Karl Otto Mühlsteinsheld - Dr. Horst Witzel
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwarzkoppen
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen
Handelsregister: AG Charlottenburg 53 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0001

Postanschrift: SCHERING AG - D-1 Berlin 65 - Postfach 65 03 11
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 100 7005 00, Bankleitzahl 100 400 00
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5008, Bankleitzahl 100 700 00
Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurter Bank - Berlin,
Konto-Nr. 14-352, Bankleitzahl 100 232 00

54 RH IV 35718

Als Säureakzeptoren eignen sich organische Basen, wie zum Beispiel Triäthylamin, N,N-Dimethylanilin und Pyridinbasen oder organische Basen, wie Oxide, Hydroxide und Carbonate der Erdalkali- und Alkalimetalle. Flüssige Basen wie Pyridin können gleichzeitig als Lösungsmittel eingesetzt werden.

Als Katalysatoren für die Verfahrensvariante A sind Onium-Verbindungen geeignet, wie quaternäre Ammonium-, Phosphonium- und Arsoniumverbindungen sowie Sulfoniumverbindungen.

Ebenfalls geeignet sind Polyglycoläther, insbesondere cyclische, wie zum Beispiel 18-Krone-6, und tertiäre Amine, wie zum Beispiel Tributylamin. Bevorzugte Verbindungen sind quaternäre Ammoniumverbindungen, wie zum Beispiel Benzyltriäthylammoniumchlorid und Tetrabutylammoniumbromid.

Die nach oben genannten Verfahren hergestellten erfindungsgemäßen Verbindungen können nach den üblichen Verfahren aus dem Reaktionsgemisch isoliert werden, beispielsweise durch Abdestillieren des eingesetzten Lösungsmittels bei normalem oder vermindertem Druck, durch Ausfällen mit Wasser oder durch Extraktion. Ein erhöhter Reinheitsgrad kann in der Regel durch säulenchromatographische Aufreinigung durch fraktionierte Kristallisation erhalten werden.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen stellen in der Regel fast farb- und geruchlose Flüssigkeiten dar, die schwerlöslich in Wasser, bedingt löslich in aliphatischen Kohlenwasserstoffen wie Petroläther, Hexan, Pentan und Cyclohexan gut löslich in halogenierten Kohlenwasserstoffen wie Chloroform, Methylenchlorid und Tetrachlorkohlenstoff, aromatischen Kohlenwasserstoffen wie Benzol, Toluol und Xylol, Äthern, wie Diäthyläther,

- 17 -

- 5 Tetrahydrofuran und Dioxan, Carbonsäurenitrilen wie Acetonitril, Ketonen wie Aceton, Alkoholen wie Methanol und Äthanol, Carbonsäureamiden, wie Dimethylformamid und Sulfoxiden wie Dimethylsulfoxid, aber auch farb- und geruchlose kristalline Körper, die schwerlöslich in aliphatischen und aromatischen Kohlenwasserstoffen sind, mäßig bis gut löslich in halogenierten Kohlenwasserstoffen wie Chloroform und Tetrachlorkohlenstoff, Ketonen wie Aceton, Carbonsäureamiden, wie Dimethylformamid, Sulfoxiden, wie Dimethylsulfoxid, Carbonsäurenitrilen, wie Acetonitril, niederen Alkoholen, wie Methanol, Äthanol und Wasser.

Als Lösungsmittel zur Umkristallisation bieten sich insbesondere Wasser, Methanol, Acetonitril und Essigester an.

- 20 Die folgenden Beispiele erläutern die Herstellung der erfindungsgemäßen Benzylätherderivate des Glycerins.

25

30

35

- 18 -

Formular-Nr.: 149-2

Vorstand: Dr. Herbert Asmie - Dr. Christian Bruhn - Hans-Jürgen Hamann
Dr. Heinz Hanne - Kai Otto Mittelsteinscheld - Dr. Horst Witzel
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwarzkoppen
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen
Handelsregister: AG Charlottenburg 52 HRB 283 u. AG Kamen HRB 6001

Postanschrift: SCHERING AG - D-1 Berlin 65 - Postfach 65 03 11
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 106 7000 00, Bankleitzahl 101 400 00
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/2608, Bankleitzahl 100 7 0 00
Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurter Bank - Berlin,
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 232 00

54 PH IV 478

Beispiel 11-O-(2,6-Dichlorbenzyl)-glycerin

14,6 g (0,05 Mol) (2,2-Dimethyl-1,3-dioxolan-4-ylmethyl)-(2,6-dichlorbenzyl)-Äther werden vorgelegt und unter Rühren mit 55 ml 1,5n Schwefelsäure versetzt. Dann wird 2,5 Stunden bei 90° C gerührt und anschließend das Reaktionsgemisch über Nacht bei Raumtemperatur stehengelassen. Darauf wird die Lösung mit Kaliumcarbonat gesättigt und das Produkt mit 300 ml Essigester extrahiert. Die Extrakte werden dann noch zweimal mit je 100 ml Wasser gewaschen, über Magnesiumsulfat getrocknet, filtriert und im Vakuum eingeengt. Man erhält farblose Kristalle, die aus Diisopropyläther umkristallisiert und anschließend bei Raumtemperatur/200 Torr bis zur Gewichtskonstanz getrocknet werden.

Ausbeute: 9,6 g = 76,4 % der Theorie

Fp.: 62° - 64° C

DC: Laufmittel: Chloroform/Essigester 3 : 1
R_F-Wert: 0,34

Analyse:	Ber. C 47,83 %	H 4,82 %	Cl 28,24 %
	Gef. C 47,90 %	H 4,90 %	Cl 28,36 %

- 19 -

Vorstand: Dr. Herbert Asmus - Dr. Christian Bruhn - Hans-Jürgen Hemann
Dr. Heinz Hanne - Karl Otto Mittelscheid - Dr. Horst Witzel
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Edward v. Schwartzkoppen
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen
Handelsregister: AG Charlottenburg IS HRB 263 u. AG Kamen HRB 0001

Postanschrift: SCHERING AG - D-1 Berlin 65 - Postfach 65 03 11
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 100 7000 60, Bankleitzahl 100 100 10
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/3008, Bankleitzahl 100 400 00
Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurter Bank -, Berlin,
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 200 00

54 FH IV 32718

5 Beispiel 2

2,3-Bis-O-methyl-1-O-(2,6-dichlorbenzyl)-glycerin
 10,0 g (0,04 Mol) 1-O-(2,6-Dichlorbenzyl)-glycerin
 0,8 g Benzyltriäthylammoniumchlorid und 25,23 g (0,2 Mol)
 10 Dimethylsulfat werden in 40 ml Methylenchlorid vorgelegt.
 Unter intensivem Rühren werden dann 23,4 g (0,585 Mol)
 Natriumhydroxid, gelöst in 29 ml Wasser, unter Kühlung
 bei ca. 30° C zum vorgelegten Gemisch getropft. Nach drei-
 stündigem Rühren bei Raumtemperatur wird noch eine Stunde
 15 unter Rückfluß erwärmt.
 Anschließend wird mit 150 ml Wasser verdünnt und zweimal mit
 je 150 ml Methylenchlorid extrahiert. Die mit Wasser gewasche-
 nen, über Magnesiumsulfat getrockneten und filtrierten Ex-
 trakte werden eingeeengt und das zurückbleibende Öl bei 40° C
 20 unter Ölpumpenvakuum zur Gewichtskonstanz getrocknet.

Ausbeute: 10,4 g = 93,2 % der Theorie

n_D^{20} : 1,5175

DC: Laufmittel = Toluol/Essigester 1 : 1

25 R_F -Wert = 0,53

Analyse: Ber. C 51,63 % H 5,78 % Cl 25,40 %

Gef. C 51,46 % H 6,10 % Cl 25,45 %

30

35

- 20 -

Beispiel 3

2,3-Bis-O-acetyl-1-O-(2,6-dichlorbenzyl)-glycerin
10,0 g (0,04 Mol) 1-O-(2,6-Dichlorbenzyl)-glycerin werden in einem Gemisch aus 40 ml Pyridin und 40 ml Acetanhydrid zuerst eine Stunde bei Raumtemperatur gerührt und dann über Nacht stehengelassen. Das Reaktionsgemisch wird mit 150 ml Toluol versetzt und die Lösung unter Wasserstrahlvakuum bis zur Trockne eingedampft. Der Rückstand wird mit weiteren 150 ml Toluol versetzt und wiederum unter Vakuum eingeengt. Das zurückbleibende Öl wird portionsweise mit 300 ml Essigester aufgenommen. Die mit Wasser gewaschenen, über Magnesiumsulfat getrockneten und filtrierten Essigesterextrakte werden eingedampft und das zurückbleibende Öl bis zur Gewichtskonstanz unter Ölpumpenvakuum getrocknet.

Ausbeute: 12,5 g = 93,3 % der Theorie

n_D^{20} : 1,5129

DC: Laufmittel: Toluol/Essigester 1 : 1

R_f -Wert: 0,56

Analyse: Ber. C 50,16 % H 4,81 % Cl 21,16 %

Gef. C 50,16 % H 4,81 % Cl 21,12 %

- 21 -

- 5 In analoger Weise lassen sich die weiteren erfindungsgemäßen Verbindungen herstellen.

Beispiel	Name	Physikalische Konstante
10 4	1-0-Benzylglycerin	n_D^{20} : 1,5287
5	1-0-(2,4-Dichlorbenzyl)-glycerin	Fp.: 58 - 60° C
15 6	1-0-(2-Chlorbenzyl)-glycerin	n_D^{20} : 1,5428
7	1-0-(2-Methylbenzyl)-glycerin	n_D^{20} : 1,5302
8	2-0-(2,6-Dichlorbenzyl)-glycerin	n_D^{20} : 1,5570
20 9	2-0-(2,4-Dichlorbenzyl)-glycerin	Fp.: 89 - 91° C
10	2-0-(2-Chlorbenzyl)-glycerin	Fp.: 74 - 75° C
11	2-0-(2-Methylbenzyl)-glycerin	Fp.: 58 - 60° C
25 12	1-0-(2-Chlor-6-fluorbenzyl)-glycerin	Fp.: 54 - 55° C
13	1,2-Bis-0-(acetyl)-3-0-(2-chlor-6-fluorbenzyl)-glycerin	n_D^{20} : 1,4947
30 14	3-0-(2-Chlor-6-fluorbenzyl)-1,2-bis-0-(methyl)-glycerin	n_D^{20} : 1,4930

- 35 Als Ausgangsverbindungen der allgemeinen Formel VII, die in der Regel literaturbekannt oder sich nach an sich bekannten Methoden synthetisieren lassen, seien unter anderem folgende genannt:

- 22 -

5	Name	Physikalische Konstante
	(2,2-Dimethyl-1,3-dioxolan-4-ylmethyl)- -(2,6-dichlorbenzyl)-äther	n_D^{20} : 1,5212
10	(2,2-Dimethyl-1,3-dioxolan-4-ylmethyl)- -(2,4-dichlorbenzyl)-äther	n_D^{20} : 1,5195
	(2,2-Dimethyl-1,3-dioxolan-4-ylmethyl)- -(2-chlorbenzyl)-äther	n_D^{20} : 1,5074
15	(2,2-Dimethyl-1,3-dioxolan-4-ylmethyl)- -(2-methylbenzyl)-äther	n_D^{20} : 1,4987
	(2-Phenyl-1,3-dioxan-5-yl)-benzyläther	Fp.: 62 - 64° C
20	(2,6-Dichlorbenzyl)-(2-phenyl-1,3- dioxan-5-yl)-äther	Fp.: 85 - 87° C
	(2,4-Dichlorbenzyl)-(2-phenyl-1,3- dioxan-5-yl)-äther	Fp.: 110 - 111° C
25	(2-Chlorbenzyl)-(2-phenyl-1,3-dioxan- -5-yl)-äther	Fp.: 90 - 92° C
	(2-Chlor-6-fluorbenzyl)-(2,2-dimethyl- -1,3-dioxolan-4-yl-methyl)-äther	n_D^{20} : 1,4949
30	(2,2-Dimethyl-1,3-dioxolan-4-yl- methyl)-(2,4,6-tribrombenzyl)-äther	Fp.: 57 - 57,5° C

Die folgenden Beispiele erläutern die Anwendungsmöglichkei-
ten der erfindungsgemäßen Verbindungen.

35

- 23 -

Formel-Nr. 149-4

Vorstand: Dr. Herbert Assis · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann
Dr. Heinz Hanne · Karl Otto Mittelstaedt · Dr. Horst Witzel
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen
Handelsregister: AG Charlottenburg 83 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG · D-1 Berlin 65 · Postfach 65 63 11
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10
Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 105 7006 69, Bankleitzahl 100 400 00
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5006, Bankleitzahl 100 700 00
Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurt Bank -, Berlin,
Konto-Nr. 14-362, Bankleitzahl 100 202 00

54 RI IV 307H

5 Beispiel 15Ertragssteigerung bei Soja

- Sojabohnen wurden im Gewächshaus im Nachauflaufverfahren mit einer wäßrigen Emulsion der zu prüfenden Verbindungen gespritzt.
- 10 Die Aufwandmenge betrug 0,8 kg Wirkstoff/ha. 4 Wochen nach der Spritzung wurde die Anzahl der Blüten und Hülsenansätze im Vergleich zur unbehandelten Kontrolle ermittelt.

- Die erfindungsgemäßen Verbindungen bewirkten eine deutliche Steigerung der Blüten- und Hülsenansätze.
- 15 Die Pflanzen waren darüberhinaus gestaucht und zeichneten sich durch eine intensive dunkelgrüne Färbung aus.

Tabelle

20	Erfindungsgemäße Verbindungen	Blüten- und Hülsenansatz in % der Kontrolle
	1-0-(2,6-Dichlorbenzyl)-glycerin	162
25	1-0-(2,4-Dichlorbenzyl)-glycerin	136
	1-0-(2-Methylbenzyl)-glycerin	104
30	2-0-(2,6-Dichlorbenzyl)-glycerin	171
	2-0-(2,4-Dichlorbenzyl)-glycerin	150

35

- 24 -

Formular-Nr. 1489-2

Vorstand: Dr. Herbert Aemis · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann
 Dr. Heinz Henner · Karl Otto Mittelbach · Dr. Horst Witzel
 Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen
 Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen
 Handelsregister: AG Charlottenburg HRB 295 u. AG Kamen HRB 0061

Postanschrift: SCHERING AG · D-1 Berlin 66 · Postfach 65 63 11
 Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10
 Berliner Commerzbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7006 00, Bankleitzahl 100 400 00
 Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 261/2000, Bankleitzahl 100 700 00
 Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurt/Bank - Berlin,
 Konto-Nr. 14-352, Bankleitzahl 100 202 00

54 111 IV 33719

Beispiel 16Wuchshemmung und Förderung der Verzweigung bei Bohnen

Buschbohnen wurden in Erde gesät, in die die pulverigen Zubereitungen der erfindungsgemäßen Verbindungen in Konzentrationen von 5, 25 und 125 ppm eingearbeitet waren. Nach einem Monat Gewächshauskultur wurde die prozentuale Wuchshemmung und der Verzweigungsgrad der Pflanzen festgestellt. Aus der Tabelle sind die Ergebnisse des Versuchs zu entnehmen.

Hierin bedeuten

- 0 = keine Förderung der Verzweigung
- + = schwache Förderung der Verzweigung
- +++ = sehr intensive Förderung der Verzweigung

Die Befunde zeigen, daß die erfindungsgemäßen Verbindungen eine intensiv wuchshemmende und verzweigungsfördernde Wirkung entfalten.

Darüberhinaus war bei den Pflanzen je nach Aufwandmenge der Blütenansatz deutlich erhöht.

- 25 -

Vorstand: Dr. Herbert Asmis · Dr. Christian Bruhn · Hans-Jürgen Hamann
Dr. Heinz Hanneke · Karl Otto Mittelstaedt · Dr. Horst Witzel
Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Eduard v. Schwartzkoppen
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen
Handelsregister: AG Charlottenburg 83 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0081

Postanschrift: SCHERING AG · D-1 Berlin 65 · Postfach 65 09 11
Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10
Berliner Commercial-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 105 7006 00, Bankleitzahl 100 400 00
Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241/5009, Bankleitzahl 100 700 00
Berliner Handels-Gesellschaft — Frankfurter Bank —, Berlin,
Konto-Nr. 14-382, Bankleitzahl 100 202 00

5 Tabelle

	Erfindungsgemäße Verbindungen	Konzentration (ppm)	Wuchshemmung %	Verzweigung
10	1-0-(2,6-Dichlor- benzyl)-glycerin	5	78	+++
		25	83	+++
		125	87	+++
15	1-0-(2,4-Dichlor- benzyl)-glycerin	5	32	+
		25	27	+
		125	74	+++
20	1-0-(2-Methylbenzyl)- glycerin	5	0	0
		25	19	0
		125	23	+
25	2-0-(2,6-Dichlor- benzyl)-glycerin	5	78	+++
		25	82	+++
		125	82	+++
30	2-0-(2-Chlorbenzyl)- glycerin	5	0	0
		25	0	0
		125	13	+

35

- 26

Formular-Nr.: 1480-2

Vorstand: Dr. Herbert Amle - Dr. Christian Bruhn - Hans-Jürgen Hamann
 Dr. Heinz Hanne - Karl Otto Mittelstentscheld - Dr. Horst Witzel
 Vorsitzender des Aufsichtsrats: Dr. Edward v. Schwartzkoppen
 Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen
 Handelsregister: AG Charlottenburg 80 HRB 283 u. AG Kamen HRB 0001

Postanschrift: SCHERING AG - D-1 Berlin 85 - Postfach 65 03 11
 Postcheck-Konto: Berlin-West 1175-101, Bankleitzahl 100 100 10
 Berliner Commercialbank AG, Berlin, Konto-Nr. 108 7006 00, Bankleitzahl 100 403 00
 Berliner Disconto-Bank AG, Berlin, Konto-Nr. 241 6006, Bankleitzahl 100 700 00
 Berliner Handels-Gesellschaft - Frankfurter Bank -, Berlin,
 Konto-Nr. 14-382, Bankleitzahl 100 202 00

54 RH IV 35/18

